

**CERTIFICATE OF MAILING BY FIRST CLASS MAIL (37 CFR 1.8)**

Applicant(s):

Docket No.

6513-C2-KGL

Serial No.

10/721489

Filing Date

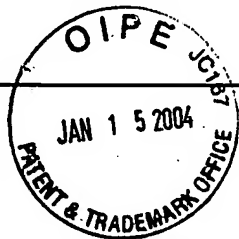
11/25/2003

Examiner

(Anticipated) Charesse L. Evans

Group Art Unit

(Anticipated) 1615

Invention: **MODIFIED STARCH FILM COMPOSITIONS**

I hereby certify that this

Submission of Certified Copy*(Identify type of correspondence)*

is being deposited with the United States Postal Service as first class mail in an envelope addressed to: The

Assistant Commissioner for Patents, Washington, D.C. 20231 on

January 13, 2004*(Date)*Christine Avenoso*(Typed or Printed Name of Person Mailing Correspondence)*  
*(Signature of Person Mailing Correspondence)***Note: Each paper must have its own certificate of mailing.**



Appln. No: 10/721489  
Filing Date: November 25, 2003

**IN THE UNITED STATES PATENT & TRADEMARK OFFICE**

APPLICANT: Robert Scott et al.

EXAMINER: (Anticipated) Charesse L. Evans

SERIAL NO. 10/721489

ART UNIT: (Anticipated) 1615

FILED: November 25, 2003

TITLE: Modified Starch Film Compositions

DATE: November 25, 2003

**SUBMISSION OF CERTIFIED COPY TO PERFECT**

**THE CLAIM OF PRIORITY**

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

Applicants hereby submit an actual certified copy of priority application FR 98 12246 filed September 30, 1998 in the above referenced matter.

It is believed that no fee is due, however, if it is believed that a fee is due, please charge Deposit Account 23-0455.



Appln. No: 10/721489  
Filing Date: November 25, 2003

Respectfully submitted,

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Kenneth G. Lemke". The signature is fluid and cursive, with a long horizontal stroke at the end.

Kenneth G. Lemke  
Attorney for Applicants  
Reg. No. 47,746

Dated: 1-13-2004

Warner-Lambert Company  
201 Tabor Road  
Morris Plains, New Jersey 07950  
Phone 973 385-6243  
Fax 973 385-3117  
Customer No. 23-0455





# BREVET D'INVENTION

## CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

### COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le **08 DEC. 2003**

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

SIEGE  
26 bis, rue de Saint Petersburg  
75800 PARIS cedex 08  
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04  
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23  
www.inpi.fr





**REQUÊTE EN DÉLIVRANCE**

26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

Confirmation d'un dépôt par télécopie ☐

Cet imprimé est à remplir à l'encre noire en lettres capitales

<p>DATE DE REMISE DES PIÈCES <span style="float: right;"><b>30 SEP. 1990</b></span></p> <p>N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL <span style="float: right;"><b>98 12246 -</b></span></p> <p>DÉPARTEMENT DE DÉPÔT <span style="float: right;"><b>30 SEP. 1998</b></span></p> <p>DATE DE DÉPÔT</p>		<p><b>1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE</b></p> <p><b>Cabinet Hirsch Desrousseaux Pochart</b> <b>34 Rue de Bassano</b> <b>75008 PARIS</b></p>									
<p><b>2 DEMANDE</b> Nature du titre de propriété industrielle</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> brevet d'invention    <input type="checkbox"/> demande divisionnaire</p> <p><input type="checkbox"/> certificat d'utilité    <input type="checkbox"/> transformation d'une demande de brevet européen</p> <p style="text-align: center;">demande initiale</p> <p><input type="checkbox"/> brevet d'invention    <input type="checkbox"/> certificat d'utilité n°</p> <p>Établissement du rapport de recherche    <input type="checkbox"/> différé    <input checked="" type="checkbox"/> immédiat</p> <p>Le demandeur, personne physique, requiert le paiement échelonné de la redevance    <input type="checkbox"/> oui    <input type="checkbox"/> non</p> <p>Titre de l'invention (200 caractères maximum)</p> <p style="text-align: center;"><b>COMPOSITIONS DE FILM D'AMIDON MODIFIÉ</b></p>		<p>n° du pouvoir permanent    références du correspondant    téléphone</p> <p><b>15845 GOD 206</b></p>									
<p><b>3 DEMANDEUR (S)</b>    n° SIREN :    code APE-NAF :</p> <p>Nom et prénoms (souligner le nom patronymique) ou dénomination</p> <p style="text-align: center;"><b>WARNER-LAMBERT COMPANY</b></p>		<p>Forme juridique</p>									
<p>Nationalité (s) <b>AMERICAINE</b></p> <p>Adresse (s) complète (s)</p> <p><b>201 Tabor Road</b> <b>Morris Plains, NJ 07950</b></p>		<p>Pays <b>U.S.A.</b></p>									
<p><b>4 INVENTEUR (S)</b> Les inventeurs sont les demandeurs    <input type="checkbox"/> oui    <input checked="" type="checkbox"/> non    Si la réponse est non, fournir une désignation séparée</p>											
<p><b>5 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES</b>    <input type="checkbox"/> requise pour la 1ère fois    <input type="checkbox"/> requise antérieurement au dépôt ; joindre copie de la décision d'admission</p>											
<p><b>6 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE</b></p> <table border="1" style="width:100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="width:25%;">pays d'origine</th> <th style="width:25%;">numéro</th> <th style="width:25%;">date de dépôt</th> <th style="width:25%;">nature de la demande</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td> </td> <td> </td> <td> </td> <td> </td> </tr> </tbody> </table>				pays d'origine	numéro	date de dépôt	nature de la demande				
pays d'origine	numéro	date de dépôt	nature de la demande								
<p><b>7 DIVISIONS</b> antérieures à la présente demande    n°    date    n°    date</p>											
<p><b>8 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b> (nom et qualité du signataire - n° d'inscription)</p> <p><b>ROUANT</b> <b>94-0904</b></p>		<p>SIGNATURE DU PRÉPOSÉ À LA RÉCEPTION</p>									
<p>SIGNATURE APRÈS ENREGISTREMENT DE LA DEMANDE À L'INPI</p>		<p> </p>									



# BREVET D'INVENTION, CERTIFICAT D'UTILITE

## DÉSIGNATION DE L'INVENTEUR

(si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

### DEPARTEMENT DES BREVETS

26bis, rue de Saint-Petersbourg  
75800 Paris Cédex 08  
Tél. : 01 53 04 53 04 - Télécopie : 01 42 93 59 30

N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL

98 122 46

### TITRE DE L'INVENTION :

COMPOSITIONS DE FILM D'AMIDON MODIFIE

LE(S) SOUSSIGNÉ(S)

CABINET HIRSCH DESROUSSEUX POCHART  
d'ordre et pour compte de

WARNER-LAMBERT COMPANY

201 Tabor Road  
Morris Plains, NJ 07950  
U.S.A.

DÉSIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) (indiquer nom, prénoms, adresse et souligner le nom patronymique) :


Dr. Robert Scott  
Königin Elisabethplein 26, bus 4,  
B-9100 Sint Niklaas  
BELGIUM

Dominique Cadé  
11, Rue des Américains  
68000 Colmar  
FRANCE

Xiongwei He  
20, Rue Ed. Richard  
68000 Comar  
FRANCE

NOTA : A titre exceptionnel, le nom de l'inventeur peut être suivi de celui de la société à laquelle il appartient (société d'appartenance) lorsque celle-ci est différente de la société déposante ou titulaire.

Date et signature (s) du (des) demandeur (s) ou du mandataire

 POCHART  
94-0904

## COMPOSITIONS DE FILM D'AMIDON MODIFIE

L'invention concerne des compositions obtenues à partir d'amidons modifiés tels que les éthers d'amidon, plus particulièrement l'amidon hydroxypropylé ("HPS" pour hydroxy-propylated starch) pour l'utilisation dans des produits pharmaceutiques, vétérinaires, alimentaires, cosmétiques ou autres tels que des films pour l'emballage d'aliments, d'aspics ou de gelées, de préférence pour des formulations prédosées telles que des capsules souples ou dures. Les capsules dures obtenues par la présente invention sont similaires aux capsules en gélatine dure (HGC, acronyme anglais pour "hard gelatine capsules").

Un second mode de réalisation de l'invention est l'utilisation des compositions d'amidon modifié pour la fabrication de capsules dures par un procédé de moulage par immersion classique tel que normalement utilisé dans la fabrication de capsules en gélatine dure classiques.

Pour la fabrication industrielle de capsules pharmaceutiques, la gélatine est particulièrement préférée pour ses propriétés gélifiantes, filmogènes et tensioactives. La fabrication de capsules en gélatine dure par un procédé de moulage par immersion exploite pleinement ces capacités gélifiantes et filmogènes. De telles capsules sont fabriquées par immersion d'aiguilles de moulage dans une solution de gélatine chaude, le retrait des aiguilles de la solution de gélatine, le durcissement de la solution de gélatine adhérant aux aiguilles par refroidissement, le séchage et le détachement des aiguilles des coques ainsi formées. Le durcissement de la solution sur les aiguilles de moulage après immersion constitue l'étape critique pour l'obtention d'une épaisseur uniforme de la coque de capsule.

Des tentatives de fabrication de capsules avec d'autres matières que la gélatine ont été effectuées, en particulier avec de la cellulose modifiée. Des exemples industriels réussis sont les capsules constituées de hydroxypropyl méthylcellulose (HPMC). Les capsules d'HPMC montrent de nombreux avantages vis-à-vis des HGC. Toutefois, le HPMC est une matière première notablement plus coûteuse que la gélatine.

L'amidon est un autre polysaccharide naturel abondant qui est renouvelable, biodégradable et peu coûteux. En raison de sa propriété filmogène limitée et ses mauvaises propriétés mécaniques, son succès dans ce domaine est plus limité. Un exemple industriel unique (US-4 738 724) sont des capsules en amidon fabriquées par moulage par injection, mais de telles capsules ont des épaisseurs de coque bien plus élevées et une forme différente qui requiert un équipement de remplissage et de fermeture spécifiques.

US-4 026 986 décrit la fabrication de capsules de HPS par un procédé de moulage par immersion. Toutefois, en raison de l'absence de la propriété de durcissement de la solution de HPS, le temps d'immersion est long (20 secondes) et par conséquent, il n'a pas conduit à un procédé commercial.

Contrairement à toute attente, nous avons trouvé que l'addition d'une très petite quantité d'un système de durcissement, de préférence consistant en hydrocolloïdes, particulièrement de polysaccharides, confère à la solution de HPS une propriété de durcissement appropriée qui a pour résultat qu'on peut fabriquer des capsules de HPS dures par le procédé de moulage par immersion de capsules en gélatine dure dans des conditions opératoires classiques.

L'invention a ainsi pour objet l'obtention de compositions à base de HPS pour l'utilisation dans des produits pharmaceutiques, vétérinaires, alimentaires, cosmétiques ou autres tels que des films pour l'emballage d'aliments, d'aspics ou de gelées, de préférence pour des récipients de formulations prédosées tels que des capsules souples ou dures et dans lesquels les compositions de HPS présentent, en solution aqueuse, une aptitude au durcissement suffisante.

Le premier objet de l'invention est des compositions à base de HPS pour améliorer et ajuster les propriétés mécaniques de films pour des applications variées.

Nous avons trouvé que l'addition d'un plastifiant à la formulation peut améliorer considérablement la souplesse du film HPS. Le plastifiant ou le mélange de plastifiants est choisi parmi polyéthylène glycol, glycérol, sorbitol, saccharose, sirop de glucose, fructose, dioctyl-sodium sulfosuccinate, triéthyl-citrate, tributyl-citrate, 1,2-propylèneglycol, mono-, di- ou triacétates de glycérol ou les gommes naturelles. Sont préférés le glycérol, le polyéthylène glycol, le propylène glycol, les citrates et leurs combinaisons. La quantité de plastifiant dépend de l'application finale. Pour des formulations de films durs comme pour des capsules dures, le plastifiant est présent en une quantité de 0 à 20 %, de préférence 10 à 20 %. Une teneur plus élevée, 20 à 40 %, est préférée pour les formulations de film souple telle que pour les capsules souples.

Nous avons également trouvé qu'il est possible d'améliorer encore les propriétés mécaniques du film par combinaison du HPS avec d'autres polymères ou polysaccharides hydrosolubles. Des exemples préférés sont la pectine, les alginates, le polyvinyl alcool et le polyéthylène glycol de poids moléculaire élevé.

Le second objet de la présente invention est constitué par l'obtention d'une aptitude au durcissement adéquate de la solution de HPS en fonction des objectifs du procédé.

L'addition d'un système de durcissement, de préférence à base de polysaccharides, aux solutions de HPS permet d'adapter des propriétés de gélification

spécifiques et désirées à un procédé choisi (formation de film ou moulage par immersion tels que la fabrication de capsules dures en HPS par un procédé d'immersion classique). Pour la fabrication de capsules dures par un procédé de moulage par immersion, il est extrêmement important que la solution de HPS filmogène subsistant sur les aiguilles de moulage après immersion soit empêchée de couler le long des aiguilles. Sinon, le film obtenu ne présentera pas l'épaisseur uniforme désirée.

Avec les compositions de la présente invention, nous pouvons fabriquer des capsules en HPS dures avec le même équipement et la même plage de conditions opératoires que ceux utilisés pour la fabrication de capsules en gélatine dure classiques. En outre, les capsules fabriquées à partir de compositions de la présente invention présentent les mêmes caractéristiques dimensionnelles et permettent l'utilisation de machines de remplissage existantes et ne requièrent pas un équipement spécifique nouveau pour le procédé de remplissage.

La concentration en HPS dans la solution d'immersion est comprise dans une gamme de 10 à 60 %, de préférence dans la gamme de 20 à 40 % en poids.

Le système de durcissement consiste en un hydrocolloïde ou des mélanges d'hydrocolloïdes et peut contenir en outre des cations et/ou des agents séquestrants.

Des hydrocolloïdes ou mélanges appropriés conduisant à des propriétés synergiques peuvent être choisis parmi les algues naturelles, les gommages naturelles de graines, les exsudats naturels de plantes, des extraits naturels de fruits, des gommages biosynthétiques, des gélatines, des amidons ou matières cellulosiques traités de manière biosynthétique, les polysaccharides étant préférés.

Les polysaccharides préférés sont les alginates, la gomme agar, la gomme guar, la gomme de caroube, le carragenane, la gomme de tara, la gomme arabe, la gomme ghatti, la gomme de Khaya grandifolia, la gomme tragacante, la gomme de karaya, le pectine, l'arabine, le xanthane, le gellane, l'amidon, le mannane de Konjac, le galactomannane, le fucane et d'autres polysaccharides exocellulaires. Sont préférés les polysaccharides exocellulaires.

Les polysaccharides exocellulaires préférés sont xanthane, acétane, gellane ou wélane, rhamsane, furcelléane, succinoglycane, scléroglycane, schizophyllane, gomme de tamarin, curdlane, pullulane, dextrane.

Les hydrocolloïdes préférés sont le kappa-carrageenane, ou la gomme de gellane ou des combinaisons telles que le xanthane avec gomme de caroube ou le xanthane avec le mannane de Konjac.

Parmi les systèmes de durcissement mentionnés ci-dessus, les systèmes de kappa-carragenane avec cation et gomme de gellane avec cation sont préférés de

manière spécifique. Ils conduisent à des résistances de gel élevées à des faibles concentrations et présentent une excellente compatibilité avec le HPS.

La quantité de l'hydrocolloïde est de préférence comprise dans la gamme de 0,01 à 5 % en poids et particulièrement de préférence entre 0,03 à 1 % dans la solution aqueuse de HPS.

Les cations sont de préférence choisis parmi  $K^+$ ,  $Na^+$ ,  $Li^+$ ,  $NH_4^+$ ,  $Ca^{++}$  ou  $Mg^{++}$ , pour le kappa-carrageenane est préféré le  $K^+$ ,  $NH_4^+$  ou  $Ca^{++}$ . La quantité de cations est de préférence inférieure à 3 %, en particulier de 0,01 à 1 % en poids dans la solution aqueuse de HPS.

Les agents séquestrants préférés sont l'acide éthylène diamine tétraacétique, l'acide acétique, l'acide borique, l'acide citrique, l'acide édétique, l'acide gluconique, l'acide lactique, l'acide phosphorique, l'acide tartrique et leurs sels, les métaphosphates, dihydroxyéthylglycine, lécithine ou béta-cyclodextrine ou leurs combinaisons. Particulièrement préféré est l'acide éthylène diamine tétraacétique ou ses sels ou l'acide citrique ou ses sels. La quantité est de préférence inférieure à 5 %, de préférence de 0,01 à 3 %, et de préférence en particulier entre 0,01 à 1 % en poids de la solution d'immersion.

Les compositions de HPS de l'invention contiennent, selon un autre aspect, en outre des agents colorants, acceptables au niveau pharmaceutique ou alimentaire, dans la gamme de 0 à 10 % par rapport au poids du film. Les agents colorants peuvent être choisis parmi les colorants azoïques, quinophthalone, triphénylméthane, xanthène ou indigoïde, les oxydes ou hydroxydes de fer, le dioxyde de titane ou des colorants naturels ou leurs mélanges. Des exemples sont le bleu patenté V, le vert acide brillant BS, le rouge 2G, l'azorubine, le ponceau 4R, l'amarante, le rouge D+C 33, le rouge D+C 22, le rouge D+C 26, le rouge D+C 28, le jaune D+C 10, le jaune 2G, le jaune FD+C 5, le jaune FD+C 6, le rouge FD+C 3, le rouge FD+C 40, le bleu FD+C 1, le bleu FD+C 2, le vert FD+C 3, le noir brillant BN, le noir de carbone, le noir d'oxyde de fer, le rouge d'oxyde de fer, le jaune d'oxyde de fer, le dioxyde de titane, la riboflavine, le carotène, les anthocyanines, le turmerique, l'extrait de cochenille, la chlorophylline, le canthaxanthine, le caramel ou la bétanine.

Les capsules de HPS de l'invention peuvent être revêtues à l'aide d'un agent de revêtement approprié tel que l'acétate phtalate de cellulose, le polyvinyl-acétate phtalate, les gélamines d'acide méthacrylique, l'hypermellose phtalate, l'hydroxypropylméthyl-cellulose phtalate, les hydroxyalkyl-méthyl cellulose phtalates ou leurs mélanges afin d'obtenir des propriétés, par exemple, entériques.

Les capsules de HPS de l'invention peuvent être utilisées pour la fabrication de contenants pour obtenir des formes de dosage unitaire, par exemple pour des produits

agrochimiques, des semences, des herbes, des produits alimentaires, des produits colorants, des produits pharmaceutiques, des arômes et similaires.

Les capsules de HPS de l'invention peuvent être utilisées lorsqu'une libération du produit de remplissage doit avoir lieu à basse température telle que température ambiante, ce qui n'est pas réalisable avec des capsules en gélatine.

Les capsules peuvent être fabriquées par scellement des moitiés de capsules avec au moins une couche de la composition de l'invention. Le scellement des moitiés de capsules peut être réalisé par un procédé de fusion liquide.

La solution filmogène de l'invention peut également être utilisée pour l'encapsulation de microcapsules.

Dans la composition filmogène de l'invention, la teneur en amidon hydroxypropylé est de 88 à 98% en poids, la teneur en eau est de 2 à 12% en poids, la teneur en polysaccharides est de 0,01 à 10%, de préférence de 0,05 à 5% en poids, et la teneur en cations est de 0,001 à 5 %, de préférence de 0,01 à 3% en poids.

Les exemples et tests suivants illustrent la fabrication de capsules de HPS et leurs propriétés :

Exemple 1 : Fabrication de capsules de HPS comportant 15 % de plastifiant

On mélange 1,5 kg de poudre de HPS avec 25 g de kappa-carragenane. A 3,21 kg d'eau déminéralisée agitée, on ajoute 0,5 g d'acétate de potassium (0,01 % en poids dans la solution) et 265 g de glycérol (5,3 % en solution et 15 % dans la capsule), suivi de l'addition du mélange ci-dessus (30 % de HPS et 0,5 % de carragenane dans la solution). Après bonne dispersion du HPS, la dispersion est chauffée à 90°C en agitant lentement, puis maintenue sous agitation forte pendant 10 minutes afin d'assurer une bonne solubilisation des composants.

La solution de HPS ainsi préparée est désémulsifiée sous agitation lente puis versée dans une cuve d'immersion d'une machine pilote d'un équipement de fabrication de capsules en gélatine dure classique. En maintenant la solution d'immersion de HPS à 60°C, des capsules de HPS dures transparentes naturelles de taille 0 sont fabriquées selon le procédé classique avec les mêmes caractéristiques dimensionnelles que les capsules en gélatine dure classiques.

Résultats des essais de désintégration (selon USP XXIII 1995- <701> Désintégration) :

Temps de première fuite :	21 secondes
Temps total de désintégration :	263 secondes

Exemple 2 : Fabrication de capsules de HPS comportant 10 % de PVA et 10 % de plastifiant

On mélange 1,4 kg de poudre HPS avec 10 g de kappa-carragenane et 175 g de PVA (le PVA a une viscosité de 0.33 Pascal hg/m.s (33 cps) à 4 % et 20°C). A

3,21 kg d'eau déminéralisée sous agitation, on ajoute 5 g d'acétate de potassium (0,10 % en poids dans la solution) et 175 g de glycérol (3,5 % en solution et 10 % dans la capsule), suivi de l'addition du mélange ci-dessus (28 % de HPS, 0,20 % de carrageenane et 3,5 % de PVA en solution). Après bonne dispersion du HPS, la dispersion est chauffée à 90°C en agitant lentement puis elle est maintenue sous agitation forte pendant 30 minutes afin d'assurer une bonne solubilisation des produits.

La solution de HPS ainsi préparée est désémulsifiée sous agitation lente puis versée dans une cuve d'immersion d'une machine pilote d'un équipement de fabrication de capsules en gélatine dure classique. En maintenant le bain de solution de HPS à 60°C, des capsules dures transparentes naturelles de taille 0 sont fabriquées selon le procédé classique avec les mêmes caractéristiques dimensionnelles que les capsules en gélatine dure classiques.

Résultats des essais de désintégration :

Temps de première fuite :

51 secondes

Temps total de désintégration :

225 secondes



## **REVENDECATIONS**

1.- Compositions filmogènes consistant en amidon hydroxypropylé et un système de durcissement.

2.- Compositions filmogènes selon la revendication 1, dans lesquelles le système de durcissement consiste en hydrocolloïdes et cations.

3.- Compositions filmogènes selon la revendication 1, dans lesquelles le système de durcissement contient, le cas échéant, des agents séquestrants.

4.- Compositions filmogènes selon la revendication 1, dans lesquelles la teneur en amidon hydroxypropylé est de 88 à 98 % en poids, la teneur en eau est de 2 à 12 % en poids, la teneur en polysaccharides est de 0,01 à 10 %, de préférence 0,05 à 5 % en poids et la teneur en cations est de 0,001 à 5 %, de préférence de 0,01 à 3 % en poids.

5.- Compositions filmogènes selon la revendication 1, dans lesquelles les hydrocolloïdes du système de durcissement sont choisis parmi les polysaccharides.

6.- Compositions filmogènes selon la revendication 1, dans lesquelles les hydrocolloïdes du système de durcissement sont choisis parmi les alginates, la gomme d'agar, gomme de guar, gomme de caroube, carragenane, gomme de tara, gomme arabique, gomme ghatti, gomme de Khaya grandifolia, gomme tragacanth, gomme de karaya, pectine, arabine, xanthane, gellane, amidon, mannane de Konjac, galactomannane ou funorane.

7.- Compositions filmogènes selon la revendication 1, dans lesquelles les hydrocolloïdes du système de durcissement sont choisis parmi les polysaccharides exocellulaires.

8.- Compositions filmogènes selon la revendication 1, dans lesquelles les hydrocolloïdes du système de durcissement sont choisis parmi xanthane, acétane, gellane, wélane, rhamsane, furcellérane, succinoglycane, scléroglycane, schizophyllane, gomme de tamarin, curdlane, pullulane ou dextrane.

9.- Compositions filmogènes selon la revendication 1, dans lesquelles les hydrocolloïdes du système de durcissement sont choisis parmi la gomme de gellane ou la kappa-carragenane.

10.- Compositions filmogènes selon la revendication 1, dans lesquelles l'agent séquestrant ou le mélange d'agents séquestrants éventuels du système de durcissement est choisi parmi l'acide éthylène diamine tétraacétique, l'acide acétique, l'acide borique, l'acide citrique, l'acide édétique, l'acide gluconique, l'acide lactique, l'acide phosphorique, l'acide tartrique, ou leurs sels, les métaphosphates, dihydroxyéthylglycine, la lécithine ou la bêta-cyclodextrine.

11.- Compositions filmogènes selon la revendication 10, dans lesquelles l'agent séquestrant ou le mélange d'agents séquestrants est choisi parmi l'acide éthylène diamine tétraacétique ou ses sels ou l'acide citrique ou ses sels.

12.- Compositions filmogènes selon la revendication 1 à 11, contenant en outre des plastifiants dans une gamme d'environ 0 à 40 % par rapport au poids de la composition.

13.- Compositions filmogènes selon la revendication 12, dans lesquelles le plastifiant ou le mélange de plastifiants est choisi parmi le polyéthylène glycol, le glycérol, le sorbitol, le saccharose, le sirop de glucose, le fructose, le dioctyl-sodium sulfosuccinate, le triéthyl-citrate, le tributyl-citrate, le 1,2-propylèneglycol, les mono-, di- ou triacétates de glycérol ou les gommages naturelles.

14.- Compositions filmogènes selon les revendications 1 à 13, contenant en outre des agents colorants dans la gamme d'environ 0 à 10 % par rapport au poids de la composition.

15.- Compositions filmogènes selon la revendication 14, dans lesquelles l'agent colorant ou le mélange d'agents colorants est choisi parmi les colorants azoïques, quinophtalone, triphénylméthane, xanthène ou indigoïde, les oxydes ou hydroxydes de fer, le dioxyde de titane ou les colorants naturels.

16.- Compositions filmogènes selon la revendication 15, dans lesquelles l'agent colorant ou le mélange d'agents colorants est choisi parmi le bleu patenté V, le vert acide brillant BS, le rouge 2G, l'azorubine, le ponceau 4R, l'amarant, le rouge D+C 33, le rouge D+C 22, le rouge D+C 26, le rouge D+C 28, le jaune D+C 10, le jaune 2G, le jaune FD+C 5, le jaune FD+C 6, le rouge FD+C 3, le rouge FD+C 40, le bleu FD+C 1, le bleu FD+C 2, le vert FD+C 3, le noir brillant BN.

17.- Compositions filmogènes selon la revendication 14, dans lesquelles l'agent colorant ou le mélange d'agents colorants est choisi parmi le noir de carbone, le noir d'oxyde de fer, le rouge d'oxyde de fer, le jaune d'oxyde de fer, le dioxyde de titane,

la riboflavine, le carotène, les anthocyanines, le tumérique, l'extrait de cochenille, la chlorophylline, la canthaxanthine, le caramel ou la bétanine.

18.- Récipients pour formes de dosage unitaire pour produits agrochimiques, semences, herbes, produits alimentaires, produits colorants, pharmaceutiques ou arômes fabriqués à partir des compositions selon les revendications 1 à 17.

19.- Récipient selon la revendication 18, qui est une capsule pharmaceutique.

20.- Récipients selon la revendication 18 ou 19, caractérisés en ce qu'ils présentent un revêtement.

21.- Récipients à revêtement selon la revendication 20, dans lesquels le revêtement est choisi parmi l'acétate phtalate de cellulose, le polyvinyl-acétate phtalate, les gélâtines d'acide méthacrylique, l'hypromellose phtalate, l'hydroxypropylméthyl-cellulose phtalate, les hydroxyalkyl-méthyl-cellulose phtalates ou leurs mélanges.

22.- Microcapsules encapsulées dans des compositions filmogènes selon les revendications 1 à 17.

23.- Capsules selon la revendication 18 ou 19, caractérisées en ce que les demi-capsules sont scellées avec une ou plusieurs couches de la composition selon les revendications 1 à 17.

24.- Capsules selon la revendication 18 ou 19, caractérisées en ce que les moitiés de capsule sont scellées par un procédé de fusion liquide.

25.- Capsules selon la revendication 18 ou 19, caractérisées par une libération du produit de remplissage à basse température telle qu'à température ambiante.

26.- Solutions aqueuses de compositions selon les revendications 1 à 17 pour la fabrication de capsules.

27.- Solutions aqueuses selon la revendication 26 contenant de l'amidon hydroxypropylé en une quantité de 10 à 60 %, de préférence 20 à 40 % en poids, des hydrocolloïdes en une quantité de 0,01 à 5 %, de préférence 0,03 à 1 % en poids, et des cations en une quantité de 0,001 à 3 %, de préférence 0,01 à 1 % en poids de la solution aqueuse.

28.- Solutions aqueuses selon les revendications 26 ou 27 contenant le cas échéant des agents séquestrants en une quantité inférieure à 5 %, de préférence de 0,01 à 3% et particulièrement de préférence de 0,01 à 1 % de la solution aqueuse..

29.- Utilisation des solutions aqueuses selon les revendications 26 à 28 pour la fabrication de capsules dures dans un procédé de moulage par immersion.

30.- Fabrication de capsules dures à partir de solutions aqueuses d'amidon hydroxypropylé selon les revendications 26 à 28, dans un procédé de moulage par immersion avec un équipement et des paramètres opératoires de capsules en gélatine dure classiques.

**ORIGINAL**

*RF*  
*Pour*  
*94-0904*

# RAPPORT DE RECHERCHE

articles L.612-14, L.612-17 et R.612-53 à 69 du code de la propriété intellectuelle

## OBJET DU RAPPORT DE RECHERCHE

Après l'accomplissement de la procédure prévue par les textes rappelés ci-dessus, le brevet est délivré. L'Institut National de la Propriété Industrielle n'est pas habilité, sauf dans le cas d'absence **manifeste** de nouveauté, à en refuser la délivrance. La validité d'un brevet relève exclusivement de l'appréciation des tribunaux.

L'I.N.P.I. doit toutefois annexer à chaque brevet un "RAPPORT DE RECHERCHE" citant les éléments de l'état de la technique qui peuvent être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention. Ce rapport porte sur les revendications figurant au brevet qui définissent l'objet de l'invention et délimitent l'étendue de la protection.

Après délivrance, l'I.N.P.I. peut, à la requête de toute personne intéressée, formuler un "AVIS DOCUMENTAIRE" sur la base des documents cités dans ce rapport de recherche et de tout autre document que le requérant souhaite voir prendre en considération.

## CONDITIONS D'ÉTABLISSEMENT DU PRÉSENT RAPPORT DE RECHERCHE

- ☐ Le demandeur a présenté des observations en réponse au rapport de recherche préliminaire.
- ☒ Le demandeur a maintenu les revendications.
- ☐ Le demandeur a modifié les revendications.
- ☐ Le demandeur a modifié la description pour en éliminer les éléments qui n'étaient plus en concordance avec les nouvelles revendications.
- ☐ Les tiers ont présenté des observations après publication du rapport de recherche préliminaire.
- ☐ Un rapport de recherche préliminaire complémentaire a été établi.

## DOCUMENTS CITÉS DANS LE PRÉSENT RAPPORT DE RECHERCHE

La répartition des documents entre les rubriques 1, 2 et 3 tient compte, le cas échéant, des revendications déposées en dernier lieu et/ou des observations présentées.

- ☐ Les documents énumérés à la rubrique 1 ci-après sont susceptibles d'être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention.
- ☒ Les documents énumérés à la rubrique 2 ci-après illustrent l'arrière-plan technologique général.
- ☐ Les documents énumérés à la rubrique 3 ci-après ont été cités en cours de procédure, mais leur pertinence dépend de la validité des priorités revendiquées.
- ☐ Aucun document n'a été cité en cours de procédure.

**1.ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE SUSCEPTIBLES D'ETRE PRIS EN  
CONSIDERATION POUR APPRECIER LA BREVETABILITE DE L'INVENTION****Références des documents**  
(avec indication, le cas échéant, des parties pertinentes)**Revendications du  
brevet concernées**

NEANT

**2.ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE ILLUSTRANT  
L'ARRIERE-PLAN TECHNOLOGIQUE GENERAL**

US 3 378 546 A (TOSHIO TSUZUKI ET AL.) 16 avril 1968

US 4 026 986 A (CHRISTEN ET AL.) 31 mai 1977

**3. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE DONT LA PERTINENCE  
DEPEND DE LA VALIDITE DES PRIORITES****Référence des documents**  
(avec indication, le cas échéant, des parties pertinentes)**Revendications du  
brevet concernées**

NEANT